

Союз Советских
Социалистических
Республик



Комитет по делам
изобретений и открытий
при Совете Министров
СССР

О П И С А Н И Е 300461

ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 23.VI.1969 (№ 1343888/23-4)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 07.IV.1971. Бюллетень № 13

Дата опубликования описания 23.VI.1971

МПК С 07с 91/44
С 07с 89/00

УДК 547.564.4.07(088.8)

Авторы изобретения П. Н. Овчинников, И. Н. Бать, Г. А. Чистякова, В. И. Островский,
В. В. Реброва, С. С. Щербакова и С. И. Белозерская

Заявитель

ВОССТАНОВЛЕНА
ПАТЕНТНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ *п*-АМИНОФЕНОЛА

1

п-Аминофенол широко применяется в качестве промежуточного продукта для синтеза ряда сернистых красителей, фармацевтических препаратов, антистарителей и антиоксидантов, а также при окраске мехов и в фотографии.

Известен способ получения *п*-аминофенолов омылением *м*-хлорнитробензола в *п*-нитрофенолята натрия и восстановлением последнего гидросульфидом натрия. Образующееся при этом большое количество сточных вод с большим содержанием сернистых соединений, а также дефицитность гидросульфида натрия делают этот способ непригодным для организации крупнотоннажного промышленного производства *п*-аминофенола.

Наиболее перспективными являются способы, основанные на каталитическом восстановлении *п*-нитрофенола водородом в присутствии, например, никелевого, платинового или палладиевого катализатора. Однако эти способы предусматривают проведение процесса в автоклаве на мелкоизмельченном порошкообразном или пастообразном катализаторе при интенсивном перемешивании. Промышленная реализация такого метода связана с большими трудностями из-за необходимости отвода значительного количества тепла, отделения мелкодисперсного катализатора от продуктов реакции и возврата его в процесс. Первостепен-

2

ное значение при этом имеет возможность многократного использования катализатора.

Для интенсификации и упрощения процесса в предлагаемом способе катализатор берут в виде активированных таблеток или гранул, и процесс ведут при восходящем потоке газа и жидкости, молярном отношении водорода к *п*-нитрофенолу не менее 50 и давлением водорода 100—320 атм.

В качестве активного компонента катализатора, кроме платины и палладия, используют никель, например никель на активированном угле, никельхромитный катализатор и др. Процесс можно вести как в органических растворителях, так и в воде.

В качестве органического растворителя целесообразно применять этанол, анилин и этиленгликоль. В водном растворе восстановление проводят в нейтральной или щелочной среде. При этом в качестве исходного продукта используют *п*-нитрофеноляты щелочных металлов. Молярное отношение водорода к *п*-нитрофенолу должно быть не менее 50.

Процесс восстановления *п*-нитрофенола ведут на активированных гранулированных или таблетированных катализаторах на носителях. Активацию восстановленных платиновых и палладиевых катализаторов проводят кислородсодержащими газами при 20—100°C, а стабилизированных никелевых катализаторов —

300481

3

водородом при 150—400°C. Активация катализаторов повышает их активность и стабильность работы в процессе восстановления л-нитрофенола.

В примерах 1 и 5 катализатор перед началом работы активирован водородом при 150—300°C, а в примере 2 — при 300—400°C. В примерах 3 и 4 платиновый и палладиевый катализаторы активированы воздухом при 50—100°C.

Предлагаемый способ обеспечивает практически полное превращение л-нитрофенола в л-аминофенол.

Пример 1. Восстановление л-нитрофенола проводят на пилотной установке непрерывного действия в присутствии катализатора: 15% никеля на активированном угле АР-3. Загрузка катализатора 40 мл, высота слоя 200 мм, растворитель — этанол, давление 200 атм, контактная нагрузка до 0,5 кг л-нитрофенола на 1 кг катализатора в 1 час. Температура в зоне катализатора 80—160°C. Степень превращения л-нитрофенола в л-аминофенол 95,0—99,5%. После 1400 час работы катализатор сохраняет высокую активность и механическую прочность.

Пример 2. Восстановление л-нитрофенола проводят аналогично примеру 1 в присутствии никельхромитного катализатора. Растворитель — этанол. Давление водорода 200 атм, молярное отношение водорода к л-нитрофенолу 100, контактная нагрузка — до 0,5 кг л-нитрофенола на 1 кг катализатора в 1 час, степень превращения л-нитрофенола в л-аминофенол 97—99%.

Пример 3. Восстановление л-нитрофенола проводят на 1%-ном платиновом угле аналогично примеру 1. Растворитель — этиленгликоль, контактная нагрузка — до 0,4 кг л-нитрофенола на 1 кг катализатора в 1 час,

4

степень превращения л-нитрофенола в л-аминофенол 97—99%.

Пример 4. Восстановление л-нитрофенола проводят в условиях, аналогичных примеру 1. Катализатор 2%-ный палладированный уголь, растворитель — этанол. Давление водорода 200 атм, молярное отношение водорода к л-нитрофенолу 500, температура в зоне катализатора 60—160°C, степень превращения л-нитрофенола в л-аминофенол 95—99%.

Пример 5. Восстановление проводят, как и в примере 1. В качестве исходного продукта используют л-нитрофенолят натрия. Растворитель — вода, контактная нагрузка до 0,3 кг л-нитрофенола на 1 кг катализатора в 1 час, степень превращения свыше 96%.

Предмет изобретения

1. Способ получения л-аминофенола жидкофазным каталитическим восстановлением л-нитрофенола водородом в присутствии, например, никелевого, платинового или палладиевого катализатора при повышенном давлении и выделением целевого продукта известными приемами, отличающийся тем, что, с целью интенсификации и упрощения процесса, катализатор берут в виде активированных таблеток или гранул.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что процесс ведут при восходящем потоке газа и жидкости, молярном отношении водорода к л-нитрофенолу не менее 50 и давлении водорода 100—320 атм.

3. Способ по пп. 1 и 2, отличающийся тем, что, с целью активизации катализатора, платиновый или палладиевый катализатор обрабатывают хлородсодержащим газом при температуре 20—100°C, а никелевый катализатор — водородом при температуре 150—400°C.

Составитель Л. Крюкова

Редактор З. Н. Горбунова

Техред Е. Борисова

Корректоры: В. Петрова
и Е. Ласточкина

Заказ 1323/14

Изд. № 594

Тираж 473

Подписное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/6

Типография, пр. Сапунова, 2

SU 300461, 23.06.1971

Title: A method of producing p-aminophenol

The Claims:

1. A method of producing p-aminophenol by a liquid-phase catalytic reduction of p-nitrophenol with a hydrogen in the presence of, for example, nickel, platinum or palladium catalyst at elevated pressure and isolation of an desired product by known techniques, characterized in that for the purpose of intensification and simplification of the method, the catalyst is used in a form of activated tablets or granules.
2. The method according to claim 1, characterized in that the method is carried out at upward flow of gas and liquid, molar ratio hydrogen to p-nitrophenol equals not less than 50 and hydrogen pressure equals 100-320 atmospheres.
3. The method according to claim 1 or 2, characterized in that for the purpose of activation of a catalyst, platinum or palladium catalyst is treated by oxygen-containing gas at temperature 20-100°C, and nickel catalyst is treated by hydrogen at temperature 150-400°C.